LAB Provider

# PROTOCOLO DE QUALIFICAÇÃO

| | |
|---|---|
| CERTIFICADO: | 029/25 |

| | |
|---|---|
| EMPRESA: | IFAL IND. E COM. DE PRODUTOS FARMACEUTICOS LTDA |
| EQUIPAMENTO: | HPLC |
| FABRICANTE: | AGILENT |
| MODELO: | 1200 SERIES |
| TAG: | HP 01 |
| PERÍODO DE QUALIFICAÇÃO: | 15/01/2025 A 15/01/2025 |

# Formulário de Definição dos Parâmetros para a Qualificação

Rua Ema Gazzi Magnusson, 138, Comercial Vitoria Martini, Indaiatuba / SP - CEP: 13347-630
http://www.labprovider.com.br -Fone: +55 19 2660-1110

| | |
|---|---|
| CERTIFICADO DE QUALIFICAÇÃO: | **029/25** |
| PERÍODO DA QUALIFICAÇÃO: | **15/01/2025** A **15/01/2025** |

## *IDENTIFICAÇÃO DA EMPRESA CONTRATANTE*

| | |
|---|---|
| EMPRESA CONTRATANTE: | **IFAL IND. E COM. DE PRODUTOS FARMACEUTICOS LTDA** |
| ENDEREÇO: | **AVENIDA JOSE LOUREIRO DA SILVA, 1211, CARVALHO BASTOS, CAMAQUA/RS - CEP: 96784-072** |
| CONTATO DO DEPARTAMENTO: | **CATIANE LEITES FREITAS** |

## *IDENTIFICAÇÃO DO ESPECIALISTA*

| | |
|---|---|
| ESPECIALISTA: | **MICHAEL FERNANDO CARELI DA SILVA** |
| FUNÇÃO: | **ENGENHEIRO DE MANUTENÇÃO** |
| EMPRESA: | **LAB PROVIDER LTDA** |

## *IDENTIFICAÇÃO DO EQUIPAMENTO QUALIFICADO*

| | |
|---|---|
| EQUIPAMENTO: | **HPLC** |
| MODELO: | **1200 SERIES** |
| TAG: | **HP 01** |
| LOCAL INSTALADO: | **LABORATÓRIO INSTRUMENTAL** |

## *IDENTIFICAÇÃO DOS MÓDULOS DO EQUIPAMENTO*

| DESCRIÇÃO | MODELO | NÚMERO DE SÉRIE | FABRICANTE |
|---|---|---|---|
| **BOMBA** | **G1311A** | **DE62964639** | **AGILENT** |
| **INJETOR AUTOMÁTICO** | **G1329A** | **DE64766021** | **AGILENT** |
| **FORNO DE COLUNAS** | **G1316A** | **DE63067857** | **AGILENT** |
| **DETECTOR UV/VIS/DAD** | **G1315D** | **DE64257446** | **AGILENT** |
| **DETECTOR UV/VIS/DA** | | | **METROHM** |
| **DETECTOR UV/VIS/DA** | | | **METROHM** |
| **DETECTOR UV/VIS/DA** | | | **METROHM** |
| **DETECTOR UV/VIS/DA** | | | **METROHM** |
| **DETECTOR UV/VIS/DA** | | | METROHM |
| **DETECTOR UV/VIS/DA** | | | **METROHM** |
| **DETECTOR UV/VIS/DA** | | | **METROHM** |

## *DADOS DO SOFTWARE DE CONTROLE*

| | |
|---|---|
| SOFTWARE: | **OPENLAB CDS** |
| VERSÃO: | **2.6 [2.6.1.14]** |
| FABRICANTE: | **AGILENT TECHNOLOGIES** |

## *CRITÉRIOS DE ACEITAÇÃO E DESVIOS*

| **ITEM 01** | **PQO.01. HPLC.FLBO - EXATIDÃO E PRECISÃO DO FLUXO DA(S) BOMBA(S)** |
|---|---|

- O teste de exatidão e precisão de fluxo da bomba deve compreender as taxas de fluxo mais utilizadas pelo laboratório contratante, respeitando os limites de programação do instrumento que será qualificado.
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.

Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | | | |
|---|---|---|---|
| **Quantidade de bombas:** | **01 UNIDADE** | | |
| **Fluxos a serem medidos:** | **1° Fluxo**<br>**Valor recomendado:**<br>***0,5 ml/min*** | **2° Fluxo**<br>**Valor recomendado:**<br>***1,0 ml/min*** | **3° Fluxo**<br>**Valor recomendado:**<br>***2,0 ml/min*** |
| | **Valor utilizado:**<br>**0,5 ml/min** | **Valor Utilizado:**<br>**1,0 ml/min** | **Valor utilizado:**<br>**2,0 ml/min** |
| **Critério de aceitação da exatidão do fluxo:** | **Valor recomendado:** | | ***% Desvio ≤ 3,0 %*** |
| | **Valor utilizado:** | | **≤ 3,0 %** |
| **Critério de aceitação da precisão**<br>**% D.P.R. para as 10 replicatas:** | **Valor recomendado:** | | ***% D.P.R. ≤ 2,0 %*** |
| | **Valor utilizado:** | | **≤ 2,0 %** |

| **ITEM 02** | **PQO.02. HPLC.TEFO - EXATIDÃO DA TEMPERATURA DO FORNO DE COLUNAS** |
|---|---|

- O teste de exatidão de temperatura do forno deve compreender as temperaturas mais utilizadas pelo laboratório contratante, respeitando os limites de programação do instrumento que será qualificado.
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.

Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados

| | | | |
|---|---|---|---|
| serão utilizados para a qualificação. | | | |
| **Temperaturas medidas:** | **1° Temperatura**<br>**Valor recomendado:**<br>***20 °C*** | **2° Temperatura**<br>**Valor recomendado:**<br>***40 °C*** | **3° Temperatura**<br>**Valor recomendado:**<br>***60 °C*** |
| | **Valor utilizado:**<br>**20 °C** | **Valor utilizado:**<br>**40 °C** | **Valor utilizado:**<br>**60 °C** |
| **Critério de aceitação da exatidão de temperatura:** | **Valor recomendado:** | ***Desvio ≤ 2,0 °C*** | |
| | **Valor utilizado:** | **≤ 2,0 °C** | |
| **Critério de aceitação do % D.P.R. para as 10 replicatas** | **Valor recomendado:** | ***% D.P.R. ≤ 2,0 %*** | |
| | **Valor utilizado:** | **≤ 2,0 %** | |

| **ITEM 03** | **PQO.03. HPLC.EDUV. A - EXATIDÃO DO COMPRIMENTO DE ONDA DO DETECTOR UV/VIS (MODO MANUAL)** |
|---|---|

- O teste de exatidão do comprimento de onda é realizado utilizando um padrão de cafeína que possui picos e vales em comprimentos de onda bem definidos, estes não podem ser alterados devido às suas propriedades.
- O critério de aceitação deve ser igual ou melhor que as especificações do fabricante.

Caso o valor de desvio não seja apresentado pela empresa contratante, o valor recomendado será utilizado para a qualificação.

| | | | |
|---|---|---|---|
| **Comprimentos de onda a serem medidos:** | **1° Comprimento de onda:**<br>***205 nm*** | **2° Comprimento de onda:**<br>***245 nm*** | **3° Comprimento de onda:**<br>***273 nm*** |
| **Critério de aceitação da exatidão do Comprimento de Onda:** | **Valor recomendado:** | ***Desvio ≤ 2,0 nm*** | |
| | **Valor utilizado:** | **N/A nm** | |

| **ITEM 04** | **PQO.04. HPLC.EDUV. B - EXATIDÃO DO COMPRIMENTO DE ONDA DETECTOR UV/VIS (MODO ESPECTRO)** |
|---|---|

- O teste de exatidão do comprimento de onda é realizado utilizando um padrão de cafeína que possui picos e vales em comprimentos de onda bem definidos, estes não podem ser alterados devido às suas propriedades.
- O critério de aceitação deve ser igual ou melhor que as especificações do fabricante.

Caso o valor de desvio não seja apresentado pela empresa contratante, o valor recomendado será utilizado para a qualificação.

| | | | |
|---|---|---|---|
| **Comprimentos de onda a serem medidos:** | **1° Comprimento de onda:** ***205 nm*** | **2° Comprimento de onda:** ***245 nm*** | **3° Comprimento de onda:** ***273 nm*** |
| **Critério de aceitação da exatidão de Comprimento de Onda:** | **Valor recomendado:** | ***Desvio ≤ 2,0 nm*** | |
| | **Valor utilizado:** | **2,0 nm** | |

| **ITEM 05** | **PQO.05. HPLC.PCIN - PRECISÃO DE CONTAMINAÇÃO CRUZADA DO SISTEMA DE INJEÇÃO** |
|---|---|

- O teste de precisão e contaminação cruzada deve ser realizado com o volume de injeção baseado no tipo de cromatógrafo (HPLC ou UHPLC), volume mais utilizado no laboratório ou o mais crítico.
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.

Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | | |
|---|---|---|
| **Volume de injeção:** | **Valor recomendado:** | ***HPLC: 10 µL e UHPLC: 2 µL*** |
| | **Valor utilizado:** | **10 µL** |
| **Critério de aceitação para a contaminação cruzada:** | **Valor recomendado:** | ***%Contaminação Cruzada ≤ 0,5 %*** |
| | **Valor utilizado:** | **≤ 0,5 %** |
| **Critério de aceitação do % D.P.R. para 6 replicatas:** | **Valor recomendado:** | ***% D.P.R. ≤ 2,0 %*** |
| | **Valor utilizado:** | **≤ 2,0 %** |

| ITEM 06 | PQO.06. HPLC.LDUV - LINEARIDADE DO DETECTOR DE ULTRAVIOLETA (UV) |
|---|---|

- O teste de linearidade do detector deve ser realizado com o volume de injeção, baseado no tipo de cromatógrafo (HPLC ou UHPLC).
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.

Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | | |
|---|---|---|
| **Volume de injeção:** | **Volume recomendado:** | ***HPLC: 10 µL e UHPLC: 2 µL*** |
| | **Valor utilizado:** | **10 µL** |
| **Critério de aceitação da exatidão para as concentrações avaliadas:** | **Valor recomendado:** | ***% Desvio ≤ 2,0 %*** |
| | **Valor utilizado:** | **≤ 2,0%** |
| **Critério de aceitação do coeficiente $R^2$:** | **Valor recomendado:** | ***$R^2$ ≥ 0,999*** |
| | **Valor utilizado:** | **$R^2$ ≥ 0,999** |

| ITEM 07 | PQO.07. HPLC.LIIN - LINEARIDADE DO SISTEMA DE INJEÇÃO AUTOMÁTICA |
|---|---|

- O teste de linearidade do injetor automático deve ser realizado utilizando os volumes de injeção que cubram todas às análises realizadas pelo laboratório contratante.
- Os volumes deverão ser avaliados com base no tipo de equipamento HPLC ou UHPLC.
- O critério de aceitação deve ser igual ou melhor que as especificações do fabricante.

Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| **Volumes de injeção:** | **1° Vol.:** | **2° Vol.:** | **3° Vol.:** | **4° Vol.:** | **5° Vol.:** |
| | ***1 µL*** | ***5 µL*** | ***10 µL*** | ***15 µL*** | ***20 µL*** |
| | **1 µL** | **5 µL** | **10 µL** | **15 µL** | **20 µL** |
| **Critério de aceitação do coeficiente $R^2$:** | **Valor recomendado:** | | ***$R^2$ ≥ 0,999*** | | |
| | **Valor utilizado:** | | **$R^2$ ≥ 0,999** | | |

| **ITEM 08** | **PQO.08. HPLC.GRBO - EXATIDÃO DO SISTEMA DE GRADIENTE DA BOMBA** |
|---|---|

- O teste de exatidão do sistema de gradiente da bomba é realizado utilizando diferentes proporções dos canais existentes na bomba.
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.

Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| **Tipo de Gradiente:** | **GRADIENTE QUATERNÁRIO** | |
|---|---|---|
| **Recomendado:**<br>**A / B** | **Recomendado:**<br>**C / D** | **Nº de Passos** |
| **1° Par:** **A/B** | **2° Par:** **C/D** | **5** |
| **Critério de aceitação de exatidão entre as proporções:** | **Valor recomendado:** | **% Desvio ≤ 1,5%** |
| | **Valor utilizado:** | **≤ 1,5 %** |
| **Critério de aceitação do coeficiente R²:** | **Valor recomendado:** | ***R² ≥ 0,999*** |
| | **Valor utilizado:** | **R² ≥ 0,999** |

| **ITEM 09** | **PQO.09. HPLC.TECA - EXATIDÃO DA TEMPERATURA DO COMPARTIMENTO DE AMOSTRAS** |
|---|---|

- O teste de exatidão de temperatura da bandeja do amostrador deve compreender as temperaturas mais utilizadas pelo laboratório contratante, respeitando os limites de programação do instrumento que será qualificado.
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.

Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | | | |
|---|---|---|---|
| **Temperaturas medidas:** | **1° Temperatura**<br>**Valor recomendado:**<br>***10 °C*** | **2° Temperatura**<br>**Valor recomendado:**<br>***15 °C*** | **3° Temperatura**<br>**Valor recomendado:**<br>***20 °C*** |
| | **Valor utilizado:** | **Valor utilizado:** | **Valor utilizado:** |

| | | | |
|---|---|---|---|
| | **N/A** | **N/A** | **N/A** |
| **Critério de aceitação de exatidão de temperatura:** | **Valor recomendado:** | ***Desvio ≤ 2,0 °C*** | |
| | **Valor utilizado:** | **N/A** | |
| **Critério de aceitação do % D.P.R. para 10 replicatas:** | **Valor recomendado:** | ***% D.P.R. ≤ 2,0%*** | |
| | **Valor utilizado:** | **N/A** | |

| **ITEM 10** | **PQO.10. HPLC.EDVI. A - EXATIDÃO DO COMPRIMENTO DE ONDA DO DETECTOR UV/VIS - FAIXA ESTENDIDA (MODO MANUAL)** |
|---|---|

- O teste de exatidão do comprimento de onda é realizado utilizando um padrão de óxido de hólmio que possui picos em comprimentos de onda bem definidos, estes não podem ser alterados devido às suas propriedades.
- O critério de aceitação deve ser igual ou melhor que as especificações do fabricante.

Caso o valor de desvio não seja apresentado pela empresa contratante, o valor recomendado será utilizado para a qualificação.

| | | | |
|---|---|---|---|
| **Comprimentos de onda a serem medidos:** | **1° Comprimento de onda recomendado: *278 nm*** | **2° Comprimento de onda recomendado: *361 nm*** | **3° Comprimento de onda recomendado: *451 nm*** |
| | **Valor utilizado:** **N/A** | **Valor utilizado:** **N/A** | **Valor utilizado:** **N/A** |
| **Critério de aceitação da exatidão de Comprimento de Onda:** | **Valor recomendado:** | ***Desvio ≤ 2,0 nm*** | |
| | **Valor utilizado:** | **N/A** | |

| **ITEM 11** | **PQO.11. HPLC.EDVI. B - EXATIDÃO DO COMPRIMENTO DE ONDA DO DETECTOR UV/VIS - FAIXA ESTENDIDA (MODO ESPECTRO)** |
|---|---|

- O teste de exatidão do comprimento de onda é realizado utilizando um padrão de óxido de hólmio que possui picos em comprimentos de onda bem definidos, estes não podem ser alterados devido às suas propriedades.
- O critério de aceitação deve ser igual ou melhor que as especificações do fabricante.

Caso o valor de desvio não seja apresentado pela empresa contratante, o valor recomendado será utilizado para a qualificação.

| | | | |
|---|---|---|---|
| **Comprimentos de onda a serem medidos:** | **1° Comprimento de onda recomendado: *278 nm*** | **2° Comprimento de onda recomendado: *452 nm*** | **3° Comprimento de onda recomendado: *537 nm*** |
| | **Valor utilizado: N/A** | **Valor utilizado: N/A** | **Valor utilizado: N/A** |

| | | |
|---|---|---|
| **Critério de aceitação da exatidão de Comprimento de Onda:** | **Valor recomendado:** | **Desvio ≤ 2,0 nm** |
| | **Valor utilizado:** | **N/A** |

| **ITEM 12** | **PQO.12. HPLC.EDFL. A – EXATIDÃO DE COMPRIMENTO DE ONDA DO DETECTOR DE FLUORESCÊNCIA (MODO MANUAL)** |
|---|---|

- O teste de exatidão do comprimento de onda é realizado utilizando um padrão de sulfato de quinina que possui picos em comprimentos de onda bem definidos, estes não podem ser alterados devido às suas propriedades.
- O critério de aceitação deve ser igual ou melhor que as especificações do fabricante.

Caso o valor de desvio não seja apresentado pela empresa contratante, o valor recomendado será utilizado para a qualificação.

| | | |
|---|---|---|
| **Comprimento de onda a ser medido:** | **Comprimento de Onda de Emissão:** | ***449 nm*** |
| **Critério de aceitação da exatidão do Comprimento de Onda:** | **Valor recomendado:** | ***Desvio ≤ 5,0 nm*** |
| | **Valor utilizado:** | **N/A** |

| **ITEM 13** | **PQO.13. HPLC.EDFL. B - EXATIDÃO DE COMPRIMENTO DE ONDA DO DETECTOR DE FLUORENCÊNCIA (MODO ESPECTRO)** |
|---|---|

- O teste de exatidão do comprimento de onda é realizado utilizando um padrão de sulfato de quinina que possui picos em comprimentos de onda bem definidos, estes não podem ser alterados devido às suas propriedades.
- O critério de aceitação deve ser igual ou melhor que as especificações do fabricante.

Caso o valor de desvio não seja apresentado pela empresa contratante, o valor recomendado será utilizado para a qualificação.

| | | |
|---|---|---|
| **Comprimento de onda a ser medido:** | **Comprimento de Onda de Emissão:** | ***449 nm*** |
| **Critério de aceitação da exatidão do Comprimento de Onda:** | **Valor recomendado:** | ***Desvio ≤ 5,0 nm*** |
| | **Valor utilizado:** | **N/A** |

| **ITEM 14** | **PQO.14. HPLC.PDFL -PRECISÃO DO DETECTOR DE FLUORESCÊNCIA (FL)** |
|---|---|

- O teste de precisão do detector deve ser realizado com o volume de injeção, baseado no tipo de cromatógrafo (HPLC ou UHPLC).
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.

Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | | |
|---|---|---|
| **Volume de injeção:** | **Volume recomendado:** | ***HPLC: 10 µL e UHPLC: 2 µL*** |
| | **Valor utilizado:** | **N/A** |
| **Critério de aceitação de exatidão para as concentrações avaliadas:** | **Valor recomendado:** | ***% Desvio ≤ 2,0 %*** |
| | **Valor utilizado:** | **N/A** |

| **ITEM15** | **PQO.15. HPLC.LDIR - LINEARIDADE DO DETECTOR DE ÍNDICE DE REFRAÇÃO (IR)** | |
|---|---|---|

- O teste de linearidade do detector deve ser realizado com o volume de injeção, baseado no tipo de cromatógrafo (HPLC ou UHPLC).
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.

Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | | |
|---|---|---|
| **Volume de Injeção:** | **Volume recomendado:** | ***HPLC: 10 µL e UHPLC: 2 µL*** |
| | **Valor utilizado:** | **N/A** |
| **Critério de aceitação de exatidão para as concentrações avaliadas:** | ***Valor recomendado:*** | ***% Desvio ≤ 2,0 %*** |
| | **Valor utilizado:** | **N/A** |
| **Critério de aceitação do coeficiente $R^2$:** | **Valor recomendado:** | **$R^2 \geq 0,999$** |
| | **Valor utilizado:** | **N/A** |

| **ITEM 16** | **PQO.16. HPLC.PDELS - PRECISÃO DO DETECTOR EVAPORATIVO POR ESPALHAMENTO DE LUZ (ELS)** | |
|---|---|---|

- O teste de precisão do detector deve ser realizado com o volume de injeção, baseado no tipo de cromatógrafo (HPLC ou UHPLC).
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.

Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | | |
|---|---|---|
| **Volume de injeção:** | **Volume recomendado:** | ***HPLC: 10 µL e UHPLC: 2 µL*** |
| | **Valor utilizado:** | **N/A** |
| **Critério de aceitação de exatidão para as concentrações avaliadas:** | **Valor recomendado:** | ***% Desvio ≤ 2,0 %*** |
| | **Valor utilizado:** | **N/A** |

| ITEM 17 | PQO.17. HPLC.RELB - SINAL/RUIDO E ESTABILIDADE DA LINHA DE BASE |
|---|---|

- Caso disponível, o ruído e a estabilidade de linha de base podem ser determinados usando funções pré-programadas de software.
- Os critérios de aceitação devem ser iguais ou melhores que as especificações do fabricante.

Caso os valores não sejam apresentados pela empresa contratante, os valores recomendados serão utilizados para a qualificação.

| | | |
|---|---|---|
| **Comprimento de onda utilizado:** | **Comprimento de onda recomendado:** | ***250 nm*** |
| | **Comprimento de onda utilizado:** | **250 nm** |
| **Critério de aceitação ruído:** | **Valor recomendado:** | ***≤ 0.05 mAU*** |
| | **Valor utilizado:** | **≤ 0.05 mAU** |
| **Critério de aceitação do desvio:** | **Valor recomendado:** | ***≤ 5.0 mAU/h*** |
| | **Valor utilizado:** | **≤ 5.0 mAU/h** |
| **Critério de aceitação do sinal ruído:** | **Valor recomendado:** | ***S/R ≥ 3000*** |
| | **Valor utilizado:** | **S/R ≥ 3000** |

## *ASSINATURAS*

As assinaturas a seguir representam a validação dos testes realizados, bem como a aprovação dos parâmetros e critérios de aceitação estabelecidos neste certificado de qualificação. A aprovação é atestada pela Empresa Contratada e aprovada pela Contratante:

| | | |
|---|---|---|
| *Aprovado por:* | **FABÍOLA SPIGARIOL** | *Assinatura Digital* |
| *Empresa Contratada:* | **LAB PROVIDER LTDA** | |
| *Departamento:* | **DOCUMENTAÇÃO** | |
| *Função:* | **ASSIST. DE QUALIDADE** | |

| | | |
|---|---|---|
| *Empresa Contratante:* | **IFAL IND. E COM. DE PRODUTOS FARMACEUTICOS LTDA** | |
| | | *Assinatura Digital* |
| *Aprovado por:* | | |

| ***HISTÓRICO DE REVISÕES*** | | | |
|---|---|---|---|
| ***DATA DE EFETIVIDADE:*** | *REVISÃO* | *ITENS* | *REGISTO DE ALTERAÇÕES* |
| 10/09/2024 | 00 | Todos | Elaboração do Documento. |
| 06/11/2024 | 01 | 08 e 17 | Item 08 - Inserção da descrição do teste de exatidão do sistema de gradiente da bomba.<br>Item 17 - Inserção do critério de aceitação do sinal ruído. |